Standar Nasional Indonesia

SNI 8402:2017

Viskositas pulp (metode viskometer kapiler)

Viscosity of pulp (capillary viscometer method)

(T 230 om-13, IDT)

ICS 85.040

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8402:2017 dengan judul *Viskositas pulp (metode viskometer kapiler)* merupakan adopsi identik dari TAPPI T 230 om-13, *Viscosity of pulp (capillary viscometer method)* dengan metode terjemahan dua bahasa (*bilingual*). Standar ini merevisi dari SNI 0936:2008, *Pulp – Cara uji viskositas – Kuprietilendiamin (Viskometer kapiler)*.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu TAPPI T 230 om-13.

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

a) Pedoman Standardisasi Nasional PSN 03.1:2007, Adopsi Standar Internasional dan Publikasi Internasional lainnya, Bagian 1: Adopsi Standar Internasional menjadi SNI (ISO/IEC Guide 21-1:2005, *Regional or national adoption of International Standards and other International Deliverables – Part 1: Adoption of International Standards, MOD).*
b) Peraturan Kepala Badan Standardisasi Nasional Nomor 4 Tahun 2016 tentang Pedoman Penulisan Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 85–01 Teknologi Kertas. Standar ini telah dikonsensuskan di Bogor pada tanggal 27 sampai dengan 29 Oktober 2016. Konsensus ini dihadiri oleh para pemangku kepentingan (*stakeholder*) terkait, yaitu perwakilan dari produsen, konsumen, pakar dan pemerintah.

Standar ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 20 Februari 2017 sampai dengan 22 Maret 2017 dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Viskositas pulp (metode viskometer kapiler)

1 Ruang lingkup

Metode ini menjelaskan prosedur untuk menentukan viskositas larutan selulosa 0,5 %, menggunakan kuprietilendiamina (CED) 0,5 M sebagai pelarut dan viskometer kapiler. Pengukuran dapat dilakukan untuk kapas dan pulp kayu yang sudah diputihkan. Pulp kraft konvensional yang memiliki kandungan lignin hingga 4 %, seperti yang didefinisikan oleh TAPPI T 222 "*Acid-Insoluble Lignin in Wood and Pulp*" juga dapat dianalisis. Penerapan prosedur ini untuk pulp delignifikasi berlanjut belum ditentukan.

2 Ringkasan

2.1 Prosedur ini menjelaskan teknik untuk melarutkan pulp dan mengukur viskositas larutan pulp. Prosedur ini memberikan dua teknik alternatif untuk melarutkan contoh pulp. Teknik pertama melalui pengocokan mekanik dari campuran contoh-pelarut dalam botol tertutup berisi butiran kaca. Teknik kedua melibatkan pengadukan contoh dan pelarut dalam sebuah tabung terbuka yang berisi batang tembaga. Survei terhadap pengguna dan program uji banding antar laboratorium menunjukkan bahwa kedua teknik tersebut sama/setara.

2.2 Teknik kedua, melibatkan pengadukan contoh dan pelarut dalam sebuah tabung terbuka, memiliki potensi untuk mengoksidasi larutan kuprietilendiamina. Jika hal ini terjadi maka metode ini akan memberikan hasil yang keliru. Perhatian harus diberikan untuk meminimalkan potensi oksidasi yaitu dengan mengalirkan gas nitrogen terus menerus dari bagian ujung terbuka tabung.

3 Pengertian

3.1 Viskositas larutan pulp memberikan indikasi derajat polimerisasi selulosa rata-rata. Oleh karena itu, hasil uji memberikan indikasi relatif dari degradasi (penurunan berat molekul selulosa) yang diperoleh saat proses pembuatan pulp dan/atau proses pemutihan pulp.

3.2 Perhatian harus dilakukan pada saat menarik kesimpulan mengenai sifat kekuatan pulp berdasarkan hanya dari hasil viskositas, kecuali pemeriksaan sebelumnya telah mengidentifikasi hubungan tersebut.

4 Alat

4.1 Umum

4.1.1 Tabung gas nitrogen, kemurnian 99,998 %, dilengkapi dengan katup penurun tekanan yang menghasilkan tekanan 14 kPa sampai 21 kPa (2 psi sampai 3 psi).

4.1.2 Penangas air konstan, mampu mempertahankan suhu pada 25,0 °C ± 0,1 °C dan dilengkapi dengan penjepit untuk menahan viskometer dalam cairan penangas.

Viscosity of pulp (capillary viscometer method)

1 Scope

This method describes a procedure for determining the viscosity of 0.5 % cellulose solutions, using 0.5 M cupriethylenediamine (CED) as a solvent and a capillary viscometer. Measurements may be made on bleached cotton and wood pulps. Conventional kraft pulps with up to 4 % lignin, as defined by TAPPI T 222 “Acid-Insoluble Lignin in Wood and Pulp” can also be analyzed. The applicability of this procedure to extended delignification pulps has not been determined.

2 Summary

2.1 This procedure describes the techniques for dissolving the pulp and measuring of the viscosity of the pulp solution. The procedure gives two alternative techniques for dissolving the pulp sample. This first technique involves mechanical shaking of the sample-solvent mixture in a closed bottle containing glass beads. The second technique involves stirring the sample and solvent in an open tube with a copper rod. A survey of users and an interlaboratory test program indicated an equal preference for the two techniques.

2.2 The second technique, which involves stirring the sample and solvent in an open tube, has the potential for oxidation of the cupriethylenediamine solution. If this occurs the method will give erroneous results. Caution should be taken to minimize the potential oxidation by continuous flooding of the open end of the dissolving tube with nitrogen.

3 Significance

3.1 The solution viscosity of a pulp gives an indication of the average degree of polymerization of the cellulose. Such a test therefore gives a relative indication of the degradation (decrease in cellulose molecular weight) resulting from the pulping and/or bleaching process.

3.2 Caution should be exercised in drawing conclusions about pulp strength properties strictly from viscosity results unless previous investigation has identified the relationship.

4 Apparatus

4.1 General

4.1.1 *Cylinder of nitrogen gas,* purity 99.998 %, fitted with a pressure reducing valve to give 14 kPa to 21 kPa (2 psi to 3 psi) pressure.

4.1.2 *Constant temperature bath,* capable of being maintained at 25.0 °C ± 0.1 °C and equipped with clamps to support the viscometers in the thermostating fluid.

4.1.3 Viskometer, jenis kapiler, ukuran dipilih sesuai dengan kisaran viskositas yang diharapkan sesuai dengan karakteristik minyak kalibrasi yang ditunjukkan pada Tabel 1. Untuk menghindari koreksi akibat efek energi kinetik, pilih viskometer dengan waktu alir lebih dari 100 detik, tapi kurang dari 800 detik. Kalibrasi viskometer diberikan dalam Lampiran A.

4.1.4 *Stopwatch* atau pengukur waktu elektrik, dapat mengukur waktu sampai dengan 0,1 detik.

4.1.5 Buret, 25 mL, dapat mengisi secara otomatis dengan gravitasi, semua bukaan disegel terhadap udara; untuk pelarut.

4.1.6 Buret atau pipet, 25 mL; untuk air.

4.1.7 Corong Buchner, untuk membentuk pulp menjadi lembaran tebal.

4.1.8 Filter kaca, kasar, diameter kecil; dan labu vakum.

Table 1 - Karakteristik minyak kalibrasi

Nomor ukuran	Rentang viskositas, mPa.s (cP)
50	0,8-3,2
100	3-11
150	7-27
200	19-76
300	48-190

4.1.9 Vakum, sumber dan perpipaan

4.1.10 Oven pengering, 105 °C ± 2 °C

4.2 Teknik Botol.

4.2.1 Botol pelarutan, botol obat dasar datar 118 mL (4 oz) dengan tutup ulir plastik dan lapisan polietilena atau tutup karet.

4.2.2 Butiran-butiran kaca, diameter sekitar 6 mm.

4.2.3 Pengaduk mekanik, seperti pengaduk Burrell.

4.3 Teknik pengadukan batang tembaga.

4.3.1 Tabung pelarutan, tabung kaca bulat dasar datar, diameter dalam 19 mm (3/4 in.) dan tinggi 150 mm (6 in.) (lihat GAMBAR. 1), seperti tabung perbandingan warna A.O.C.S., Kimbel # 45290, atau yang setara.

4.3.2 Batang pengaduk tembaga, terbuat dari batang tembaga-elektrolisis diameter 3,2 mm (1/8-in.) (No. 8 B & S *gauge*) dan berbentuk seperti ditunjukkan pada GAMBAR. 1.

4.3.3 Pengaduk bermotor, mampu beroperasi pada 400 rpm ± 25 rpm.

4.4 Alat pengisap, seperti *bulb* pipet.

4.1.3 *Viscometer,* capillary type, size chosen according to expected viscosity range in compliance with the characteristics for oil calibrations shown in Table 1. In order to avoid correction for the kinetic energy effect, choose a viscometer with an efflux time of over 100 s, but less than 800 s. Viscometer calibration is given in Appendix A.

4.1.4 *Stopwatch or electric timer,* readable to 0.1 s.

4.1.5 *Buret, 25* mL, automatic gravity fill, all openings sealed to air; for solvent.

4.1.6 *Buret or pipet,* 25 mL; for water.

4.1.7 *Buchner funnels,* for forming slush pulps into pads.

4.1.8 *Glass filter,* coarse, small diameter; and vacuum flask.

Table 1 - Characteristics for oil calibrations

Size number	Viscosity range, mPa-s (cP)
50	0.8-3.2
100	3-11
150	7-27
200	19-76
300	48-190

4.1.9 *Vacuum,* source and tubing

4.1.10 *Drying oven,* 105 °C ± 2 °C

4.2 *Bottle technique.*

4.2.1 *Dissolving bottles,* 118 mL (4 oz) flat medicine bottles with plastic screw cap and polyethylene liner or rubber septa caps.

4.2.2 *Glass beads,* approximately 6 mm diameter.

4.2.3 *Mechanical shaker,* such as Burrell wrist action shaker.

4.3 *Copper stirring rod technique.*

4.3.1 *Dissolving tube,* round flat-bottom glass tube, 19 mm (3/4 in.) inside diameter and 150 mm (6 in.) high (see Fig. 1), such as A.O.C.S. color comparison tubes, Kimbel #45290, or equivalent.

4.3.2 *Copper stirring rod,* madefrom 3.2 mm (1/8 in.) diameter electrolytic copper rod (No. 8 B&S gauge) and shaped as shown in Fig. 1.

4.3.3 *Stirring motor,* capable of operation at 400 rpm ± 25 rpm.

4.4 *Suction device,* such as a pipete bulb.

Tabel 2 - Minyak viskositas baku

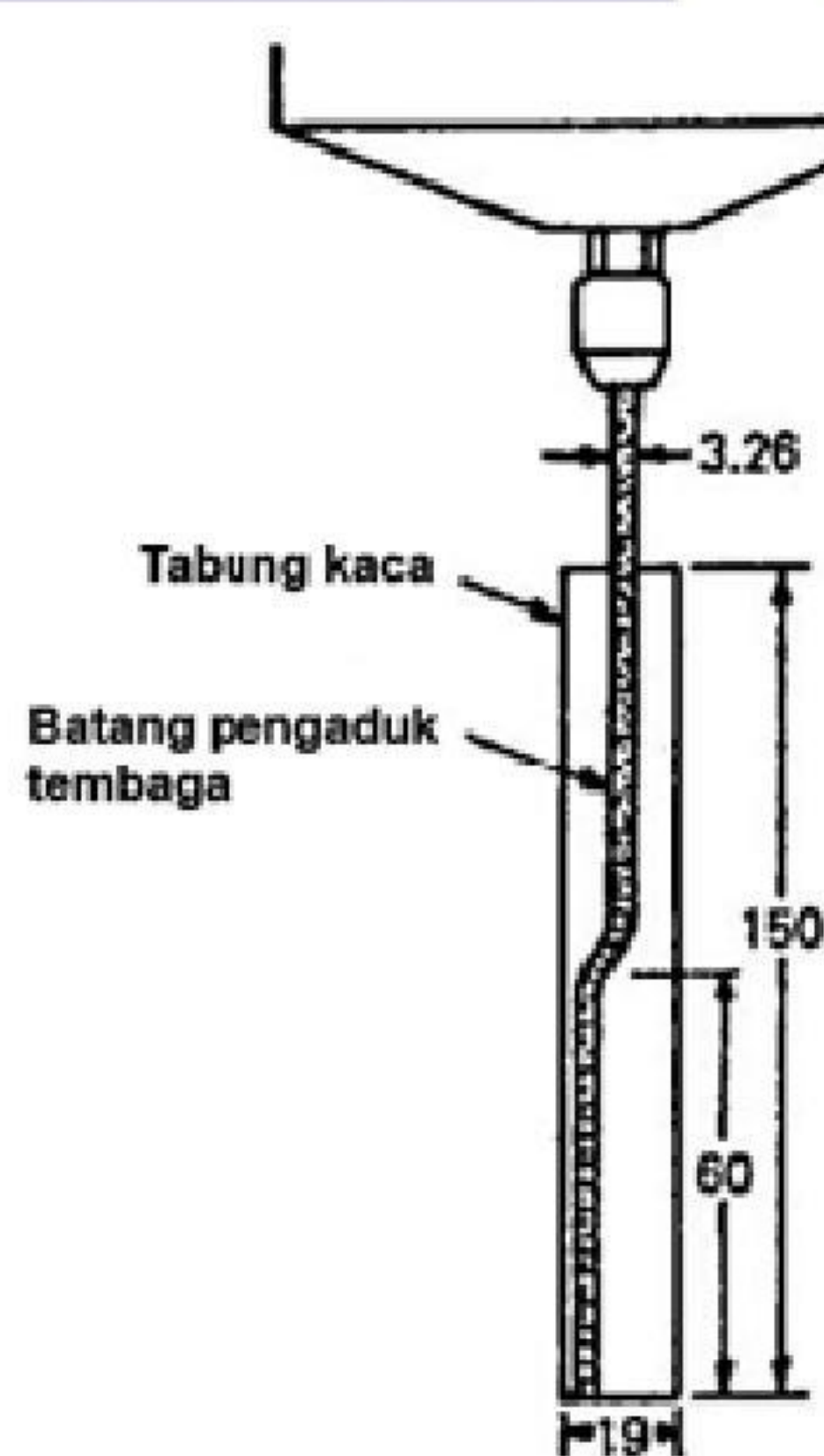
Standar viskositas	Perkiraan viskositas, mPa-s (cP) pada 25 °C
S3	4,0
S6	8,9
S20	34
S60	120

• Lihat spesifikasi ASTM D-446.

5 Pereaksi

5.1 Minyak viskositas baku[1], Tabel 2 berisi daftar standar viskositas yang tersedia dan perkiraan rentang viskositas untuk setiap jenis minyak.

5.2 Larutan kuprietilendiamina, dalam ion tembaga 1,0 M ± 0,02 M dan dalam etilenadiamina 2,0 M. Larutan ini dapat dibeli secara komersial atau dibuat sesuai dengan prosedur yang diberikan dalam Lampiran B. Larutan kuprietilendiamina harus disimpan dengan gas nitrogen. Konsentrasi ion tembaga dan etilenadiamina harus diperiksa seperti yang ditentukan dalam Lampiran B minimal sebulan sekali.

5.3 Aseton, pro-analisis, digunakan untuk membersihkan viskometer.

Gambar 1 - Tabung pelarutan

6 Keselamatan

6.1 Larutan pembersih asam sulfat adalah asam kuat. Larutan kuprietilendiamina adalah basa kuat. Keduanya membutuhkan perhatian dalam penanganan. Hindari kontak larutan dengan kulit, mata, dan pakaian atau menghirup uapnya.

[1] Nama pemasok bahan dan alat pengujian untuk metode ini dapat ditemukan pada daftar pemasok alat uji dalam Metode Uji TAPPI, atau mungkin tersedia di TAPPI *Quality and Standard Department*.

Table 2 - Standard viscosity oils

Viscosity standard	*Approximate viscosity, mPa-s (cP) at 25°C*
S3	4.0
S6	8.9
S20	34
S60	120

•Refer to specifications in ASTM D-446.

5 Reagents

5.1 *Standard viscosity oil* [2],Table 2 lists the viscosity standards available and the approximate viscosity range for each oil.

5.2 *Cupriethylenediamine solution,* 1.0 M ± 0.02 M in cupric ion and 2.0 M in ethylenediamine. This solution can be purchased commercially or prepared according to the procedure given in Appendix B. Cupriethylenediamine solutions must be stored under nitrogen at all times. *The concentrations of cupric ion and ethylenediamine should be checked as prescribed in Appendix B no less frequently than monthly*

5.3 *Acetone,* reagent grade, if used for viscometer cleaning.

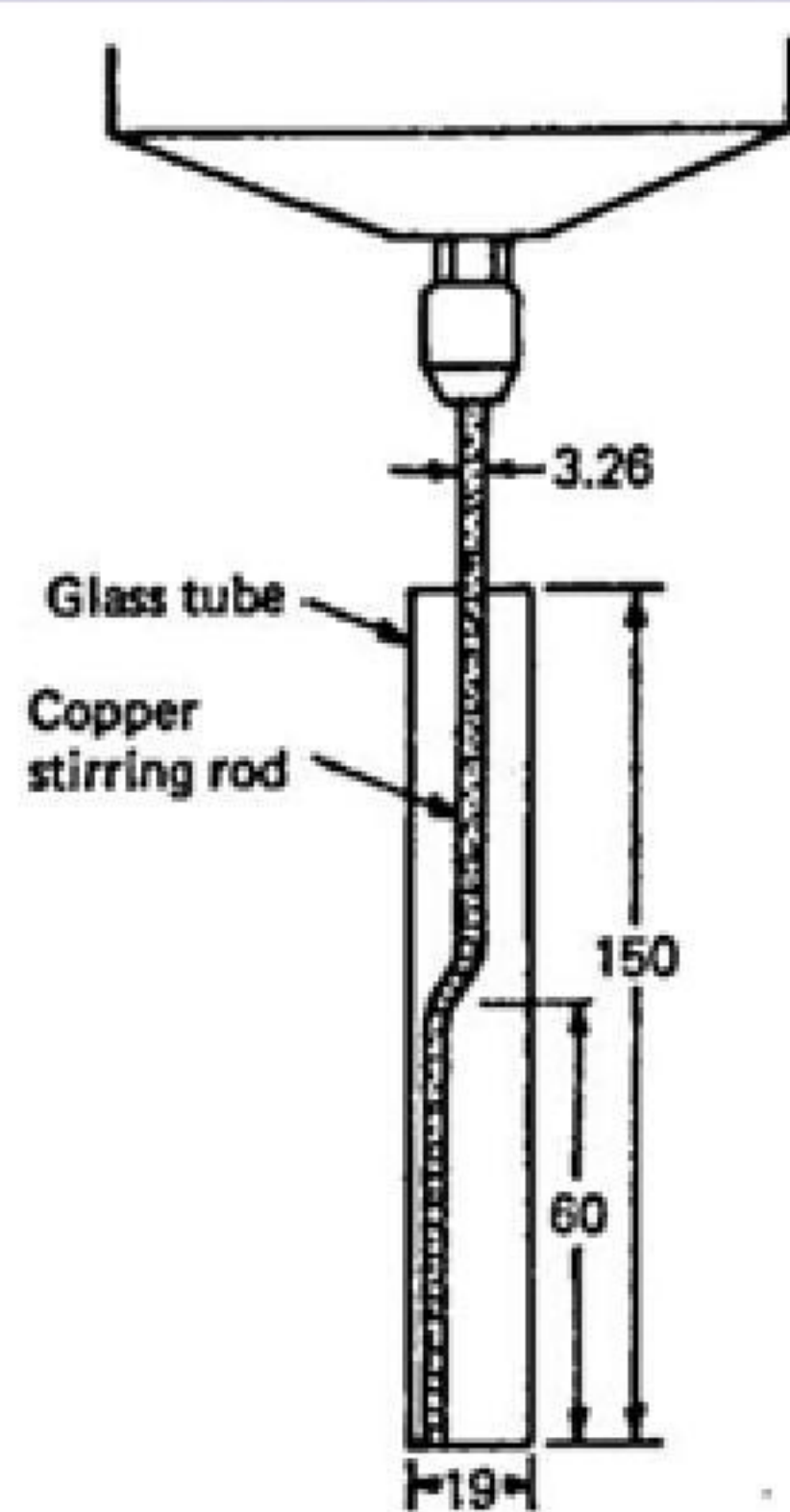



Fig. 1 - Dissolving tube

6 Safety

6.1 Sulfuric acid cleaning solution is a strong acid. Cupriethylenediamine solution is a strong caustic. Both require care in handling. Avoid contact of the solution with skin, eyes, and clothing or breathing its vapor.

[2] Names of suppliers of testing equipment and materials for this method may be found on the Test Equipment Suppliers list in the set of TAPPI Test Methods, or may be available from the TAPPI Quality and Standards Department.

6.2 Jangan mengalirkan nitrogen ke dalam cairan dan selalu kontrol tekanan sebesar 2 psi untuk tekanan-balik karena larutan korosif CED dapat keluar dari botol.

7 Pengambilan contoh dan contoh uji

Ambil 5 g sampai 7 g contoh pulp dan kurangi kadar air contoh dengan cara kering udara sebagai berikut. Buat bubur pulp menjadi lembaran tipis menggunakan corong Buchner atau cetak dalam bentuk lembaran pulp dan biarkan kering-udara. Bubur pulp yang menggumpal, contoh uji pulp kering dimasukkan dalam air dengan mengocok atau mencampur dalam blender dan buat menjadi lembaran tipis. Sobek lembaran kering udara dengan tangan menjadi potongan-potongan kecil. Lembaran pulp tebal juga bisa dicabik dengan piranti yang bersih, penggaruk kasar. Jangan memotong atau menggunakan mesin pencabik mekanik karena kemungkinan viskositas cenderung turun sebagai hasil dari proses disintegrasi. Bila mungkin, contoh yang digunakan untuk pengukuran viskositas harus kering udara dan jangan dikeringkan di atas suhu 60 °C.

8 Prosedur

8.1 Biarkan contoh mencapai kesetimbangan kadar air pada lingkungan suhu-kelembapan konstan sesuai dengan TAPPI T 402 "*Standard Conditioning and Testing Atmospheres for Paper, Board, Pulp Handsheets, and Related Products*." Tentukan kadar air dengan dua kali pengulangan masing-masing 2 g contoh pulp sesuai dengan TAPPI T 550 "*Determination of Equilibrium Moisture in Pulp, Paper, and Paperboard for Chemical Analysis*." Gunakan kadar air rata-rata untuk menghitung berat contoh uji pulp yang sudah dikondisikan harus ditimbang untuk mendapatkan sejumlah contoh yang setara dengan 0,1250 g atau 0,2500 g ± 0,0005 g pulp kering-oven tergantung pada teknik pelarutan yang digunakan. Duplikasi contoh harus disiapkan.

8.2 Prosedur botol tertutup

8.2.1 Timbang dalam botol pelarutan yang berisi 8 butiran gelas 6 mm dan sejumlah pulp kering udara yang setara dengan 0,2500 g pulp kering. Tambahkan 25 mL air suling menggunakan buret atau pipet, kemudian tutup botol dan kocok untuk mendispersikan pulp dalam air. Biarkan pengocokan sekitar 2 menit.

8.2.2 Tambahkan tepat 25,00 mL larutan kuprietilendiamina. Alirkan nitrogen selama 1 menit. Tutup botol dan kocok sampai serat benar-benar larut. Biasanya, membutuhkan waktu 15 menit.

CATATAN 1 Beberapa pulp yang sulit larut memerlukan pengocokan awal untuk mendispersikan pulp dengan hanya menggunakan air atau dengan waktu pengocokan yang lebih lama. Berdasarkan pengalaman beberapa analis, dibutuhkan hingga 90 menit. Larutan yang tersisa setelah viskometer diisi dapat disaring melalui filter gelas untuk memastikan bahwa pulp telah benar-benar larut. Adanya residu seperti agar-agar pada filter menunjukkan bahwa perlu dilakukan analisis ulang dengan menggunakan kondisi pelarutan contoh yang lebih kuat. Teknik ketiga untuk menangani pulp yang sulit terdispersi adalah dengan menambahkan 1/5 bagian kuprietilendiamina yang diperlukan, aduk sampai pulp terdispersi dengan baik, kemudian tambahkan sisa kuprietilendiamina yang diperlukan.

CATATAN 2 Prosedur persiapan contoh menghasilkan konsentrasi akhir larutan pulp 0,5 % dalam 0,5 M kuprietilendiamina.

8.2.3 Pada akhir waktu pengocokan, miringkan botol larutan selama 2 menit untuk menghilangkan gelembung udara.

6.2 Do NOT bubble nitrogen into the liquid and always control pressure to 2 psi as back pressurecan release corrosive CED out of the bottle.

7 Sampling and test spesimen

Obtain a 5 g to 7g sample of the pulp and reduce to the air-dried state as follows. Form slush pulp specimens into thin sheets on a Buchner funnel or sheet mold and air dry. Slurry hard, dry specimens of pulp in water by shaking or by mixing in a blender and make into thin sheets. Tear apart the air-dry sheets by hand into small pieces. Thick pulp sheets could also be shredded by means of a clean, coarse file. Do not cut or use a mechanical shredder because the viscosity is likely to be lowered as the result of this process of disintegration. Where possible, the sample used for the actual viscosity measurement should be air-dried and never dried above 60 °C.

8 Procedure

8.1 Allow the sample to attain moisture equilibrium in a constant temperature-humidity atmosphere according to TAPPI T 402 “Standard Conditioning and Testing Atmospheres for Paper, Board, Pulp Handsheets, and Related Products.” Determine the moisture content of duplicate 2 g portions of the sample according to TAPPI T 550 “Determination of Equilibrium Moisture in Pulp, Paper, and Paperboard for Chemical Analysis.” Use the average moisture content to calculate the specimen weight of conditioned pulp that must be weighed to give an amount of the sample that is equivalent to 0.1250 g or 0.250 0 g ± 0.0005 g of oven-dry pulp depending on the dissolving technique to be used. *Duplicate specimens must be prepared.*

8.2 *Closed bottle procedure.*

8.2.1 Weigh into a dissolving bottle containing approximately eight 6 mm glass beads and an amount of air-dry pulp equivalent to 0.2500 g of moisture-free pulp. Add from a buret orpipet exactly 25.00 mL of distilled water, then cap the bottle and shake to disperse in the water. Allow the bottle to stand for about 2 min.

8.2.2 Add exactly 25.00 mL of the cupriethylenediamine solution. Purge with nitrogen for 1 min. Cap the bottle and shake until the fiber is completely dissolved. Usually, a period of 15 min is sufficient.

NOTE 1 Some difficult-to-dissolve pulps require preliminary shaker dispersion with only water or longer shaking time. It has been the experience of some workers that up to 90 min is required. The solution remaining after the viscometer has been filled can be filtered through a glass filter to verify that the pulp has been completely dissolved. The presence of gelatinous residue on the filter indicates that a repeat analysis employing more vigorous dissolving conditions is needed. A third technique for handling difficultto-disperse pulps is to add 1/5 the prescribed amount of cupriethylenediamine, agitate until the pulp appears well dispersed, then complete the addition of the cupriethylenediamine.

NOTE 2 The sample preparation procedures give a final solution concentration of 0.5 % pulp in 0.5 M cupriethylenediamine.

8.2.3 At the end of the shaking time, place the solution bottle on its side for 2 min to allow the solution to degas.

8.3 Teknik pengadukan dengan batang tembaga.

8.3.1 Timbang dalam tabung pelarutan sejumlah tertentu contoh pulp kering udara yang setara dengan 0,1250 g pulp kering. Tambahkan tepat 12,50 mL air suling menggunakan buret atau pipet dan aduk perlahan dengan batang tembaga berpenggerak motor sekitar 30 detik. (Lihat Catatan 1 untuk informasi tambahan).

8.3.2 Setelah mengalirkan nitrogen ke dalam tabung pelarutan selama 1 menit, tambahkan tepat 12,50 mL larutan kuprietilendiamina, dan aduk campuran selama 15 menit dengan pengaduk berputar pada kecepatan sekitar 400 rpm. Untuk mencegah terjadinya oksidasi pada ujung terbuka tabung, harus terus menerus dialirkan nitrogen.

8.4 Pengukuran viskositas.

8.4.1 Isi viskometer dengan merendam kaki viskometer yang berdiameter kecil ke dalam larutan dan tarik cairan ke dalam viskometer dengan mengisap larutan dari bagian ujung lainnya. Tarik larutan hingga mencapai batas kedua dari viskometer. Lepaskan tabung dari larutan, lap bagian luar hingga bersih dan kembalikan viskometer pada posisi 1° dari garis vertikal. Atau, gunakan pipet presisi untuk mengeluarkan sejumlah volume cairan seperti yang tercantum pada sertifikat kalibrasi viskometer. Tempatkan viskometer pada penangas air suhu konstan pada 25,0 °C ± 0,1 °C dan biarkan setidaknya 5 menit untuk bejana agar mencapai suhu dan untuk memberikan waktu contoh uji agar mengalir pada dinding tabung viskometer.

CATATAN 3 Suhu awal larutan akan mempengaruhi waktu yang diperlukan oleh larutan untuk mencapai suhu kesetimbangan dalam penangas air. Gunakan termometer kinematik untuk memastikan bahwa waktu tersebut telah cukup untuk larutan agar mencapai suhu kesetimbangan.

8.4.2 Tarik larutan sampai ke kaki ukur dari viskometer dengan *bulb* isap, kemudian biarkan larutan mengalir turun membasahi permukaan dalam viskometer tersebut. Tentukan waktu alir dengan menarik cairan melebihi tanda batas atas dan ukur waktu yang dibutuhkan meniskus untuk melewati di antara dua tanda batas. Ulangi pengukuran waktu alir; hasil pengukuran boleh berbeda maksimal ± 2,0 %. *Repeatability* yang rendah diperoleh karena pelarutan pulp yang tidak sempurna, kontrol suhu yang tidak memadai, viskometer kotor, atau pengotor dalam gas nitrogen.

CATATAN 4 Ukuran viskometer dipilih untuk memberikan waktu alir lebih dari 100 detik, tetapi kurang dari 800 detik. Dalam prakteknya, waktu alir lebih besar dari 350 detik harus dihindari karena reproduksi hasil akan sulit untuk didapatkan. Untuk menyesuaikan waktu alir, ubah ukuran viskometer yang digunakan.

8.5 Pembersihan viskometer. Keluarkan larutkan CED dari viskometer segera setelah penentuan viskositas selesai. Bilas tabung dengan air untuk menghilangkan semua sisa dari larutan CED. Bersihkan setiap tabung dengan larutan pembersih berbahan dasar asam sulfat yang dirancang untuk digunakan pada alat gelas laboratorium. Rendam tabung kotor selama 24 jam atau lebih untuk menghilangkan semua sisa kontaminan. Keluarkan semua larutan pembersih dari tabung dan bilas dengan air deionisasi atau air suling. Tabung viskometer dapat dikeringkan dengan dua cara, dengan menggunakan oven *forced-air* atau dengan membilas tabung dengan aseton dilanjutkan dengan pengeringan udara. Dengan menggunakan kedua metode pengeringan tersebut, sisa kelembapan atau kondensasi air tidak boleh terlihat dalam tabung setelah pengeringan.

8.5.1 Untuk mengeringkan viskometer dengan oven *forced-air*, tempatkan viskometer dalam oven dengan suhu sebesar 105 °C ± 2 °C. Biarkan tabung viskometer untuk tetap dalam oven sampai semua sisa kelembapan hilang.

8.3 ***Copper rod stirring technique.***

8.3.1 Weigh into a dissolving tube an amount of air-dry pulp equivalent to 0.125 0 g of moisture-free pulp. Add from a buret or pipet exactly 12.50 mL of distilled water and stir gently with the motor-driven copper rod for about 30 s. (See Note 1 for additional information).

8.3.2 After purging the dissolving tube with nitrogen for 1 min, add exactly 12.50 mL of the cupriethylenediamine solution, and stir the mixture for 15 min with the stirrer rotating at approximately 400 rpm. To prevent chances of oxidation the open end of the tube should be continuously flooded with nitrogen.

8.4 ***Viscosity measurement.***

8.4.1 Fill the viscometer by immersing its small-diameter leg into the solution and drawing the liquid into the instrument by applying suction to the other end. Draw the liquid level to the second etch mark. Remove the tube from the solution, wipe the outside clean and return the instrument to a position within 1° of the vertical. Alternatively, use a precision pipette to dispense a charge volume of liquid as noted on the viscometer calibration certificate. Place the viscometer in the constant temperature bath at 25.0 °C ± 0.1 °C and allow at least 5 min for the vessel to reach the temperature and the sample to properly drain from the walls of the viscometer fill tube.

NOTE 3 The initial temperature of the solution will affect the time needed for the solution to reach the equilibrium temperature in the bath. Use a kinematic thermometer to verify that the time is adequate for the solution to reach the equilibrium temperature.

8.4.2 Draw the solution up into the measuring leg of the viscometer with a suction bulb, and then allow the solution to drain down to wet the inner surfaces of the viscometer. Determine the efflux time by drawing the liquid above the upper mark and measuring the time required for the meniscus to pass between the two marks. Repeat the measurement of efflux time; the results should check within ± 2.0 %. Poor repeatability can result from incomplete dissolution of the pulp, inadequate temperature control, a dirty viscometer, or impurities in the nitrogen gas.

NOTE 4 The viscometer size is selected to give efflux times of over 100 s, but less than 800 s. In practice, efflux times greater than 350 s should be avoided as reproducible results will be difficult to obtain. To adjust the efflux time, change the size of the viskometer accordingly.

8.5 ***Viscometer cleaning.*** Drain the CED solution from the viscometer immediately after the viscosity determination is complete. Rinse the tube well with water to remove all traces of the CED solution. Clean each tube with a sulfuric acid based cleaning solution designed for use with laboratory glassware. Soak especially dirty tubes for 24 hours or more to remove all traces of contaminants. Drain all cleaning solution from the tube and rinse well with deionized or distilled water. Viscometer tubes may be dried in two ways, by using a forced air oven or by rinsing with acetone with air drying. With either drying method, traces of moisture or condensation should not be visible in tube after drying.

8.5.1 To dry a viscometer in a forced air oven, place the viscometer in an oven set at 105 °C ± 2 °C. Allow the viscometer tube(s) to remain in the air oven just until all traces of moisture are removed.

8.5.2 Untuk mengeringkan viskometer dengan aseton, bilas tabung dengan aseton pro analisis, keluarkan, dan biarkan tabung kering udara.

CATATAN 5 Larutan CED sangat alkali dan akan mengikis dinding bagian dalam tabung viskometer terus menerus. Ini akan mengubah konstanta kalibrasi. Untuk alasan ini, jangan biarkan larutan CED tetap di dalam tabung setelah penentuan viskositas selesai. Keluarkan semua larutan CED dari tabung dan bilas dengan air untuk menghilangkan semua sisa larutan CED segera setelah penentuan selesai.

9 Perhitungan

Hitung viskositas, V, larutan pulp dari rumus:

$$V = Ctd$$

keterangan

V = viskositas larutan kuprietilendiamina pada 25,0 °C, mPa.s (cP)
C = konstanta viskometer yang ditentukan dengan kalibrasi
t = waktu alir rata-rata, detik
d = densitas larutan pulp, g/cm^3 (= 1,052)

10 Laporan hasil uji

Laporkan hasil rata-rata dua penentuan dalam mPa.s sampai tiga angka penting, dan identifikasi sebagai viskositas kuprietilendiamina (CED) dari larutan pulp 0,5 % dengan metode viskometer kapiler.

11 Presisi

11.1 Nilai *repeatability* dan *reproducibility* yang tersedia di bawah ini telah dihitung untuk hasil uji, masing-masing hasil uji merupakan rata-rata dari dua penentuan uji. Nilai didasarkan pada data yang diperoleh dalam program uji intra laboratorium dengan 18 peserta menggunakan enam jenis bahan. Tabel 3 memberikan ringkasan statistik dari data. Catatan kaki pada Tabel 3 berisi deskripsi dari bahan yang diuji.

11.2 *Repeatability* (intra laboratorium) = 4,0 %. Rentang *repeatability* rata-rata untuk semua bahan dalam penelitian ini antara 1,8 % sampai 6,1 % (0,109 mPa.s sampai 2,63 mPa.s) dengan % *repeatability* meningkat sejalan dengan meningkatnya nilai rata-rata.

11.3 *Reproducibility* (antar laboratorium) = 19 %. Rentang *reproducibility* rata-rata untuk semua bahan dalam penelitian ini antara 9,6 % sampai 27,2 % (0,58 mPa.s sampai 11,0 mPa.s).

11.4 *Repeatability* dan *reproducibility* yang sesuai dengan definisi dari istilah dalam TAPPI T 1200 "*Interlaboratory Evaluation of Test Methods to Determine TAPPI Repeatability and Reproducibility*."

8.5.2 To dry a viscometer with acetone, rinse the tube well with reagent grade acetone, drain, and allow the tube to air dry.

NOTE 5 CED solution is highly alkaline and will etch the interior of the viscometer tubes over a period of time. This will change the calibration constant. For this reason, do not allow the CED solution to remain in the tube after the viscosity determination is complete. Drain all CED solution from the tube and rinse it with water to remove all traces of CED solution immediately after the determination is complete.

9 Calculation

Calculate the viscosity, V, of the pulp solution from the formula:

$$V = Ctd$$

where

V = viscosity of cupriethylenediamine solution at 25.0 °C, mPa.s (cP)
C = viscometer constant found by calibration
t = average efflux time, s
d = density of the pulp solution, g/cm^3 (= 1.052)

10 Report

Report the average result of two determinations in mPa.s to three significant figures, and identify it as the cupriethylenediamine (CED) viscosity of the 0.5 % pulp solution by the capillary viscometer method.

11 Precision

11.1 The values of repeatability and reproducibility provided below have been calculated for test results, each of which is an average of two test determinations. The values are based on data obtained in an interlaboratory test program with 18 participants using six materials. Table 3 gives a statistical summary of the data. The footnote to Table 3 lists a description of the materials tested.

11.2 Repeatability (within a laboratory) = 4.0 %. The range of average repeatability for all materials in the study was between 1.8 % to 6.1 % (0.109 mPa.s to 2.63 mPa.s) with the % repeatability increasing as the grand mean increases.

11.3 Reproducibility (between laboratories) = 19 %. The range of average reproducibility for all materials in the study was between 9.6 % to 27.2 % (0.58 mPa.s to 11.0 mPa.s).

11.4 The repeatability and reproducibility are in accordance with the definitions of these terms in TAPPI T 1200 “Interlaboratory Evaluation of Test Methods to Determine TAPPI Repeatability and Reproducibility.”

Tabel 3 - Ringkasan data statistik

Parameter statistik	Contoh*					
	A	B	C	D	E	F
Nilai rata-rata, mPa.s	6,04	11,18	43,2	15,8	19,6	22,6
Repeatability, mPa.s	0,109	0,327	2,63	0,60	0,95	1,02
Repeatability, %	1,8	2,9	6,1	3,8	4,8	4,5
Reproducibility, mPa.s	0,58	1,38	11,0	3,19	3,65	6,15
Reproducibility, %	9,6	12,3	25,4	20,1	18,6	27,2

*A = selofan - sulfit ; B = prehidrolisis kraft; C = *cotton linter*; D = pulp kraft putih pinus; E = pulp kraft semi-putih pinus; F = pulp sulfit untuk kertas.

12 Kata kunci

Pulp, Viskositas, Kapilaritas, CED (*Cuene*), Selulosa

13 Informasi tambahan

13.1 Tanggal efektif terbit: 30 April 2013

13.2 Revisi tahun 1999 termasuk perubahan dalam persyaratan untuk pengecekan hasil pengukuran viskositas. Sub pasal 8.4.2 diubah dari "pengecekan sampai ± 0,25" menjadi "pengecekan sampai ± 2,0 %." Perubahan ini memungkinkan penggunaan metode ini untuk memperpanjang lignifikasi pada pulp yang memiliki jangkauan waktu yang lebih luas. Hasil dengan pulp kimia lainnya tidak terpengaruh secara signifikan.

13.3 Metode viskometer bola jatuh, seperti yang dijelaskan dalam Useful Method 247 "*Falling Ball Measurement of Cupriethylenediamine Disperse Viscosity of Pulp*," dapat diterapkan sebagai prosedur kontrol, meskipun prosedur ini kurang dapat diandalkan. Empat laboratorium menggunakan metode viskometer bola jatuh pada program intra laboratorium dan hasilnya menunjukkan *repeatability* 10 % dan *reproducibility* 38 %.

13.4 Metode Terkait: PAPTAC G.24, "*Cupriethylenediamine Viscosity of Pulp*," Asosiasi Pulp dan Kertas Teknis Kanada, Montreal, Kanada; SCAN-C 15-16, "*Viscosity of Cellulose in Cupriethylenediamine Solution (CED)*," Scandinavian Pulp, Paper and Board Testing Committee, Stockholm, Sweden; ISO Standard 5351/1; ASTM D 446-93, "*Standard Specifications and Operating Instructions for Glass Capillary Kinematic Viscometer*."

13.5 Edisi tahun 1966 dari metode ini mencakup ketentuan untuk pulp belum putih yang didelignifikasi sebagai cara untuk memperluas ruang lingkup metode ini. Delignifikasi klorit menyerang selulosa dan ketika prosedur ini digunakan menghasilkan pengukuran nilai viskositas yang lebih rendah. Jika delignifikasi digunakan, hasilnya harus dianggap hanya sebagai perkiraan. Telah diketahui bahwa pulp dengan bilangan kappa di atas 35 sampai dengan 40 harus didelignifikasi dengan perlakuan ringan menggunakan natrium klorit atau klorin dioksida untuk mendapatkan hasil yang berarti. Perlakuan ringan akan meminimalkan degradasi selulosa.

13.6 Telah dilakukan pengamatan bahwa pembuatan pulp dengan oksigen dan pemutihan pulp dengan oksigen atau ozon menghasilkan hubungan viskositas/kekuatan pulp yang berbeda dari pulp sulfit dan *kraft* yang diputihkan secara tradisional.

Table 3 - Statistical summary of data

Statistical parameter	Sample*					
	A	B	C	D	E	F
Grand meam, mPa.s	6.04	11.18	43.2	15.8	19.6	22.6
Repeatability, mPa.s	0.109	0.327	2.63	0.60	0.95	1.02
Repeatability, %	1.8	2.9	6.1	3.8	4.8	4.5
Reproducibility, mPa.s	0.58	1.38	11.0	3.19	3.65	6.15
Reproducibility, %	9.6	12.3	25.4	20.1	18.6	27.2

*A = sulfite - cellophane grade; B = prehydrolyzed kraft; C = cotton linters; D = kraft bleached pine; E = kraft semi-bleached pine; F = sulfite paper grade.

12 Keywords

Pulp, Viscosity, Capillarity, Cuene, Cellulose

13 Additional information

13.1 Effective date of issue: April 30, 2013

13.2 The 1999 revision includes a change in the requirements for check results for the viscosity measurement. Section 8.4.2 was changed from a “check within ± 0.25” to “a check within ± 2.0 %.” This change permits the use of this method on extended lignification pulps which have a wider range of times. The results with other chemical pulps are not significantly affected.

13.3 The falling ball viscometer method, as described in Useful Method 247 “Falling Ball Measurement of Cupriethylenediamine Disperse Viscosity of Pulp,” may be applied as a control procedure, although this is a less reliable procedure. Four laboratories used the falling ball viscometer method in the interlaboratory program and the results showed a repeatability of 10 % and a reproducibility of 38 %.

13.4 Related methods: PAPTAC G.24, “Cupriethylenediamine Viscosity of Pulp,” Pulp and Paper Technical Association of Canada, Montreal, Canada; SCAN-C 15-16, “Viscosity of Cellulose in Cupriethylenediamine Solution (CED),” Scandinavian Pulp, Paper and Board Testing Committee, Stockholm, Sweden; ISO Standard 5351/1; ASTM D 446-93, “Standard Specifications and Operating Instructions for Glass Capillary Kinematic Viscometer.”

13.5 The 1966 edition of this method included provisions for delignifying unbleached pulps as a means to extend the scope of the method. Chlorite delignification does attack cellulose and when used in conjunction with this procedure may result in lower viscosity measurements. If delignification is used, the results should be considered only as approximations. It has been noted that pulps above 35 to 40 kappa number should be delignified with a mild treatment of sodium chlorite or chlorine dioxide to obtain meaningful results. A mild treatment will minimize cellulose degradation.

13.6 It has been observed that oxygen pulping and oxygen or ozone bleaching of pulps produces viscosity/strength relationships different from traditionally bleached sulfite and kraft pulps.

13.7 Perubahan teknis dalam edisi 2008 ini termasuk memperbarui tindakan pengamanan dan menambahkan oven pengeringan untuk 4.1.10. Perubahan dalam edisi 2013 adalah modifikasi dari 8.4.1 untuk menambahkan metode alternatif untuk pengisian viskometer, yang memungkinkan viskometer untuk diisi hingga tanda batas yang sesuai dengan menggunakan pipet yang presisi.

Referensi

Sihtola, H., Kyrklund, B., Laamanen, L., Palenius, I., "Comparison and Conversion of Viscosity and DP-Values Determined By Different Methods," *Paperi ja Puu* 45:225 (1963)

13.7 Technical changes in this 2008 edition include updating safety precautions and adding a drying oven to 4.1.10. The change in the 2013 edition was a modification of 8.4.1 to include an alternative method to fill the viscometer, allowing the viscometers to be filled to the appropriate mark using a precision pipette.

Reference

Sihtola, H., Kyrklund, B., Laamanen, L., Palenius, I., "Comparison and Conversion of Viscosity and DP-Values Determined By Different Methods," *Paperi ja Puu* 45:225 (1963).

Lampiran A
Kalibrasi viskometer

A.1 Konstanta kalibrasi, C, untuk setiap viskometer ditentukan dengan menggunakan minyak viskositas baku yang diketahui viskositas dan densitasnya pada 25,0 °C ± 0,1 °C. Tergantung pada ukuran viskometer dan rentang viskositas pada Tabel 1, pilih minyak baku yang sesuai pada Tabel 2.

A.2 Isi viskometer dengan merendam kaki viskometer yang diameter kecil ke dalam minyak dan tarik cairan ke dalam viskometer dengan mengisap cairan dari bagian ujung lainnya. Tarik cairan hingga mencapai batas kedua dari viskometer. Lepaskan tabung dari cairan, lap bagian luar hingga bersih dan kembalikan viskometer pada posisi 1° dari garis. Tempatkan viskometer pada penangas air suhu konstan pada 25,0 °C ± 0,1°C dan biarkan setidaknya 5 menit untuk bejana agar mencapai suhu yang dikehendaki.

CATATAN 6 Suhu awal larutan akan mempengaruhi waktu yang diperlukan oleh larutan untuk mencapai suhu kesetimbangan dalam penangas air. Gunakan termometer kinematik untuk memastikan bahwa waktu tersebut telah cukup untuk larutan agar mencapai suhu kesetimbangan.

A.3 Tarik cairan sampai ke kaki ukur dari viskometer dengan *bulb* isap, kemudian biarkan minyak untuk mengalir turun ke dalam penampungan untuk membasahi permukaan bagian dalam viskometer. Tentukan waktu alir dengan menarik cairan melebihi tanda batas dan ukur waktu yang dibutuhkan meniskus untuk melewati diantara dua tanda batas. Ulangi pengukuran waktu alir; hasil pengukuran boleh berbeda maksimal ± 0,2 detik. Kegagalan mendapatkan pengulangan mengindikasikan viskometer kotor atau kontrol suhu yang tidak memadai.

A.4 Konstanta viskometer, C, dihitung dari rumus:

$$C = V/td$$

Keterangan

V = viskositas minyak standar, mPa.s
d = densitas minyak standar, g/cm^3 pada 25 °C
t = waktu alir minyak, detik

Appendix A
Calibration of viscometers

A.1 The calibration constant, C, for each viscometer is determined by the use of standard viscosity oils of known viscosity and density at 25.0 °C ± 0.1°C. Depending on the viscometer size and viscosity range in Table 1, select the appropriate standard oil from Table 2.

A.2 Fill the viscometer by immersing its small diameter leg into the oil and drawing the liquid into the instrument by applying suction to the other end. Draw the liquid level to the second etch mark. Remove the tube from the solution, wipe the outside clean and return the instrument to a vertical position within 1° of vertical. Place the viscometer in the constant temperature bath at 25.0 °C ± 0.1°C and allow at least 5 min for the vessel to reach the temperature.

NOTE 6 The initial temperature of the solution will affect the time needed for the solution to reach the equilibrium temperature in the bath. Use a kinematic thermometer to verify that the time is adequate for the solution to reach the equilibrium temperature.

A.3 Draw the solution up into the measuring leg of the viscometer with a suction bulb, then allow the oil to drain back into the reservoir to wet the inner surface of the measuring vessel. Determine the efflux time by drawing the liquid above the upper mark and measuring the time required for the meniscus to pass between the reference lines. Make duplicate measurements; these should check within ± 0.2 s. Failure to obtain the required repeatability is indicative of a dirty viscometer or inadequate temperature control.

A.4 The viscometer constant, C, is calculated from the formula:

$$C = V/td$$

where

V = viscosity of standard oil, mPa.s
d = density of standard oil, g/cm^3 at 25°C
t = efflux time, s

Lampiran B
Pembuatan kuprietilendiamina 1 M

B.1 Pembuatan $Cu(OH)_2$.

B.1.1 Larutkan 250 g tembaga sulfat ($CuSO_4.5H_2O$) pro-analisis dalam 2.000 mL air suling panas. Panaskan sampai mendidih dan tambahkan NH_4OH pro-analisis secara perlahan dengan pengadukan kuat sampai larutan sedikit basa terhadap pH (diperlukan sekitar 115 mL NH_4OH). Biarkan mengendap, cuci dengan dekantasi menggunakan 1.000 mL air suling, empat kali volume air panas dan dua kali volume air dingin. Kemudian tambahkan air dingin hingga volume *slurry* 1.500 mL; dinginkan di bawah 20 °C (lebih disukai di bawah 10 °C), dan tambahkan perlahan 850 mL larutan NaOH 20 % dingin dengan pengadukan kuat. Cuci endapan $Cu(OH)_2$ dengan air suling dengan cara dekantasi sampai filtrat tidak berwarna jika ditambahkan indikator fenolftalein dan tidak memberikan pengendapan sulfat pada penambahan larutan $BaCl_2$.

B.1.2 Tembaga hidroksida yang dibeli dari pemasok bahan kimia dapat digunakan asalkan bebas dari amonia, klorida, sulfat, dan nitrat, dan dapat mempertahankan warna biru-hijau ketika dipanaskan 1 jam pada 100 °C. Dalam hal ini, 97,5 g ± 0,5 g tembaga hidroksida yang digunakan untuk memulai langkah B.2.1. Tembaga hidroksida berkualitas baik memiliki warna biru-hijau. Jika contoh tidak murni, dan terutama jika mengandung amonia, zat secara bertahap akan terurai dan berubah menjadi cokelat karena pembentukan oksida. Produk yang berubah warna tidak akan memberikan hasil yang memuaskan untuk persiapan bahan kimia. Jika hidroksida mengandung klorida, sulfat, atau nitrat, maka penentuan etilenadiamina akan memberikan hasil terlalu rendah.

B.2 Pembuatan larutan kuprietilendiamina (CED).

B.2.1 Pindahkan *slurry* $Cu(OH)_2$, tambahkan air hingga volume total 500 mL, untuk botol reagen 1.000 mL (lihat GAMBAR. 2). Botol ini dilengkapi dengan karet sumbat dengan dua tabung kaca, salah satunya (A) adalah tabung lurus dan memanjang ke dalam sekitar 50 mm dari bagian bawah botol, dan tabung lainnya memiliki dua sisi tabung (B dan C) pada sisi kanan dan memanjang hingga melalui karet sumbat. Salah satu sisi tabung (B atau C) terhubung ke sumber vakum dan sisi lainnya untuk pasokan nitrogen.

B.2.2 Jepit karet sumbat, keluarkan udara dengan alat pengisap laboratorium dan isi botol dengan nitrogen pada tekanan 14 kPa (2 psi) sebanyak tiga kali secara terpisah. Tabung karet dan klem penjepit melekat pada tabung kaca dari botol pelarutan, seperti ditunjukkan pada Gambar 2, digunakan untuk pembuatan larutan. Lakukan vakum parsial pada botol dan tambahkan 160 mL etilenadiamina 70 %, pastikan bahwa tidak ada udara yang masuk ke dalam botol. Hal ini dilakukan dengan memasukkan corong ke dalam tabung karet yang melekat pada tabung gelas pada botol pelarutan dan dengan membuka penjepit sedikit saja sehingga memungkinkan untuk etilenadiamina masuk ke dalam botol. Karena pencampuran ini menghasilkan panas, maka jaga agar tetap dingin dengan mengalirkan air pada bagian luar botol pada tahap awal reaksi. Setelah penambahan etilenadiamina, gas yang berada di atas cairan harus dihilangkan dan dialirkan nitrogen sebanyak tiga kali secara berurutan pada tekanan 14 kPa (2 psi).

Appendix B
Preparation of 1 M cupriethylenediamine

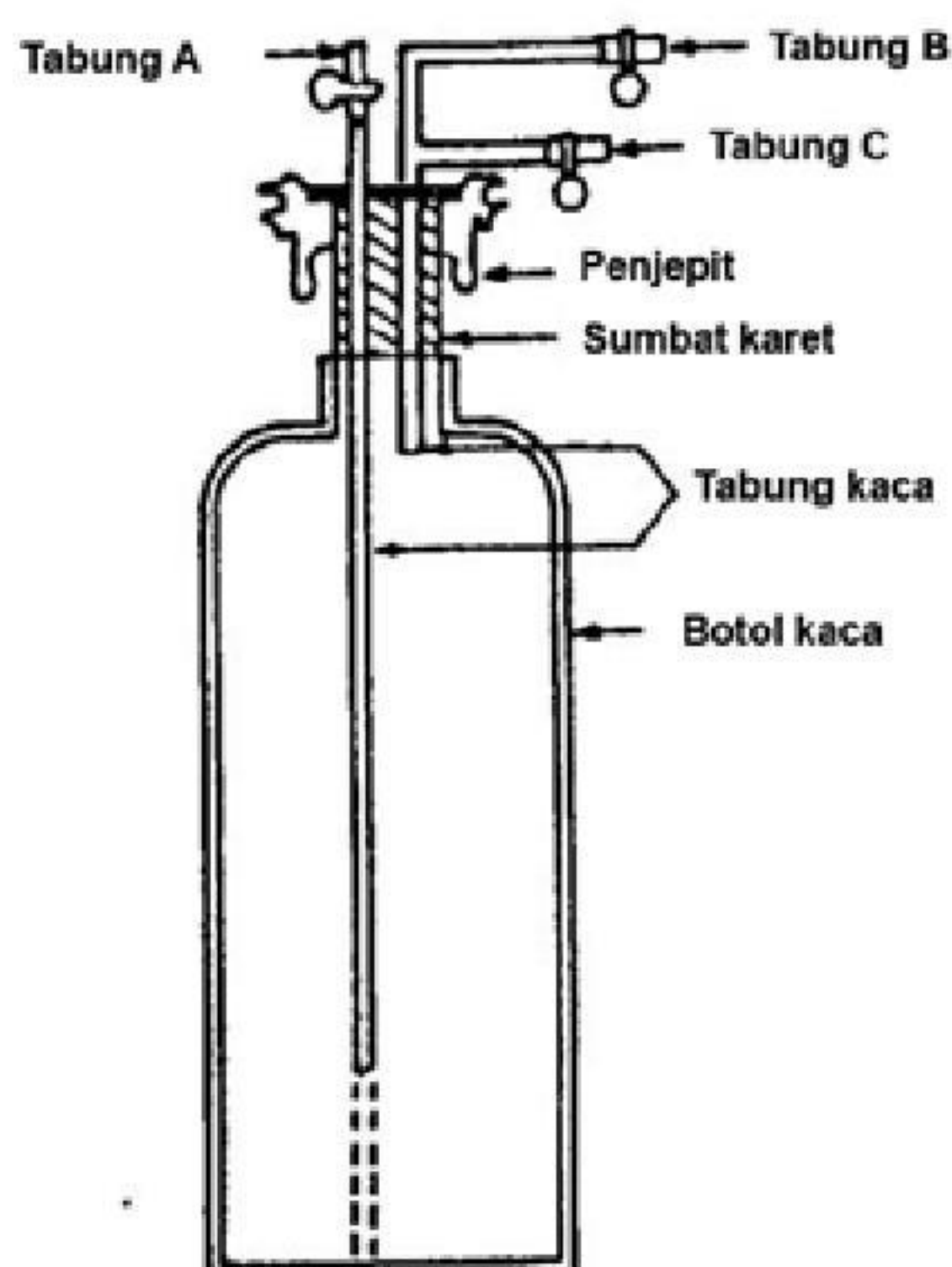
B.1 Preparation *of* $Cu(OH)_2$

B.1.1 Dissolve 250 g of reagent grade copper sulfate ($CuSO_4.5H_2O$) in approximately 2 000 mL of hot distilled water. Heat to boiling and add reagent grade NH_4OH slowly with vigorous agitation until the solution is faintly alkaline to pH (about 115 mL of NH_4OH are required). Let the precipitate settle, and wash by decantation with 1 000-mL portions of distilled water, four times with hot water and twice with cold. Then add sufficient cold water to make the volume of the slurry 1 500 mL; cool below 20°C (preferably below 10 °C), and add slowly 850 mL of cold 20 % NaOH solution with vigorous stirring. Wash the precipitated $Cu(OH)_2$ with distilled water by decantation until the washings are colorless to phenolphthalein indicator and give no precipitation of sulfate upon addition of $BaCl_2$ solution.

B.1.2 Cupric hydroxide purchased from chemical reagent suppliers may be used provided it is free from ammonia, chlorides, sulfates, and nitrates, and retains its blue-green color when heated 1 h at 100 °C. In this case, 97.5 g ± 0.5 g of cupric hydroxide shall be used beginning at step B.2.1. Cupric hydroxide of good quality has a blue-green color. If the sample is not pure, and particularly if it contains ammonia, it will gradually decompose and turn brown due to formation of the oxide. Such a discolored product is not satisfactory for the preparation of the reagent. If the hydroxide contains chlorides, sulfates, or nitrates, the determination of ethylenediamine will give too low results.

B.2 Preparation of cupriethylenediamine (CED) solution.

B.2.1 Transfer the washed $Cu(OH)_2$ slurries, using sufficient water to make a total volume of 500 mL, to a 1000 mL reagent bottle (see Fig. 2). The bottle is equipped with a rubber stopper carrying two glass tubes, one of which (A) is straight and extends to within approximately 50 mm of the bottom of the bottle, and the other having two side tubes (B and C) at right angles and extending just through the rubber stopper. One of the side tubes (B or C) is connected to a suction source and the other to the nitrogen supply.

B.2.2 Clamp down the rubber stopper, exhaust the air with a laboratory water aspirator and refill the bottle with nitrogen at 14 kPa (2 psi) pressure three separate times. The rubber tubes and pinch clamps attached to the glass tubes of the solution bottle, as shown in Fig. 2, are used for this purpose. Draw a partial vacuum on the bottle and add 160 mL of 70% ethylenediamine, taking care that no air enters the bottle. This is accomplished by inserting a funnel in the Rubber tube attached to the longer glass tube of the solution bottle and opening the pinch clamp just enough to allow the ethylenediamine to be drawn into the bottle. Since considerable heat is evolved at this point, it is desirable to keep cold water running over the bottle during the initial phase of the reaction. After the addition of the ethylenediamine, the gas over the liquid should be alternately evacuated and flushed three times with nitrogen at 14 kPa (2 psi) pressure.

Gambar 2 - Botol pelarutan atau botol stok Cu(En)$_2$, pelarut viskositas

B.2.3 Kocok isi botol beberapa kali selama satu jam, kemudian diamkan 12 jam sampai 16 jam. Cairan supernatan yang jernih akan diperoleh, tetapi jika dikehendaki, larutan tersebut dapat disaring dengan corong Buchner kaca, menggunakan pengisap, dan kemudian disimpan dengan lingkungan nitrogen.

B.3 Standardisasi larutan Cu(En)$_2$.

CATATAN 7 Pengamatan visual selama standarisasi kuprietilendiamina (untuk ion tembaga).

1. Lakukan pengenceran yang tepat dengan larutan CED. Persiapkan dan standarisasi larutan tiosulfat 0,1 N.

2. Pipet 25 mL CED encer ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL. Tambahkan 3 gram KI dan aduk untuk melarutkan. Tambahkan 50 mL asam sulfat 4 N. Larutan akan berubah warna menjadi coklat gelap yang akan cepat berubah menjadi warna coklat kehijauan gelap. Warna tersebut merupakan hasil endapan yang terbentuk dalam reaksi.

3. Untuk melakukan titrasi, perlu untuk mengaduk campuran secara konstan. Hal ini dapat dicapai dengan hasil terbaik dengan menggunakan pengaduk magnetik.

4. Warna hijau akan tetap selama sekitar 70 % sampai 75 % dari titrasi. Misalnya, jika diharapkan titik akhir pada 25,0 mL, warna hijau harus tetap muncul sampai sekitar 17 mL sampai 19 mL titran yang dikonsumsi. Pada titik ini, campuran akan berubah warna menjadi warna kopi krem, dan penambahan titran seperti menambahkan lebih banyak krem pada kopi.

5. Setelah penambahan sekitar 3 mL sampai 4 mL lebih, warna ungu muda akan muncul setiap tetesan titran dan akan cepat memudar. Campuran akan berwana krem terang. Pada titik ini, pati harus ditambahkan. Jika pati tidak ditambahkan, campuran akan menjadi benar-benar ungu muda, dan itu membuat sangat sulit untuk melihat titik akhir.

6. Penambahan pati akan menghasilkan warna krem keunguan. Warna ungu harus memudar dengan penambahan lebih banyak titran. Hanya sekitar 0,3 mL sampai 0,5 mL titran yang diperlukan setelah penambahan pati. Kondisi ini harus terjadi tepat sebelum titik akhir.

7. Tambahkan 10 mL amonium tiosianat 20 %. Campuran akan menjadi ungu lagi. Titrasi harus dilakukan sampai campuran memudar menjadi warna ungu muda dan akhirnya

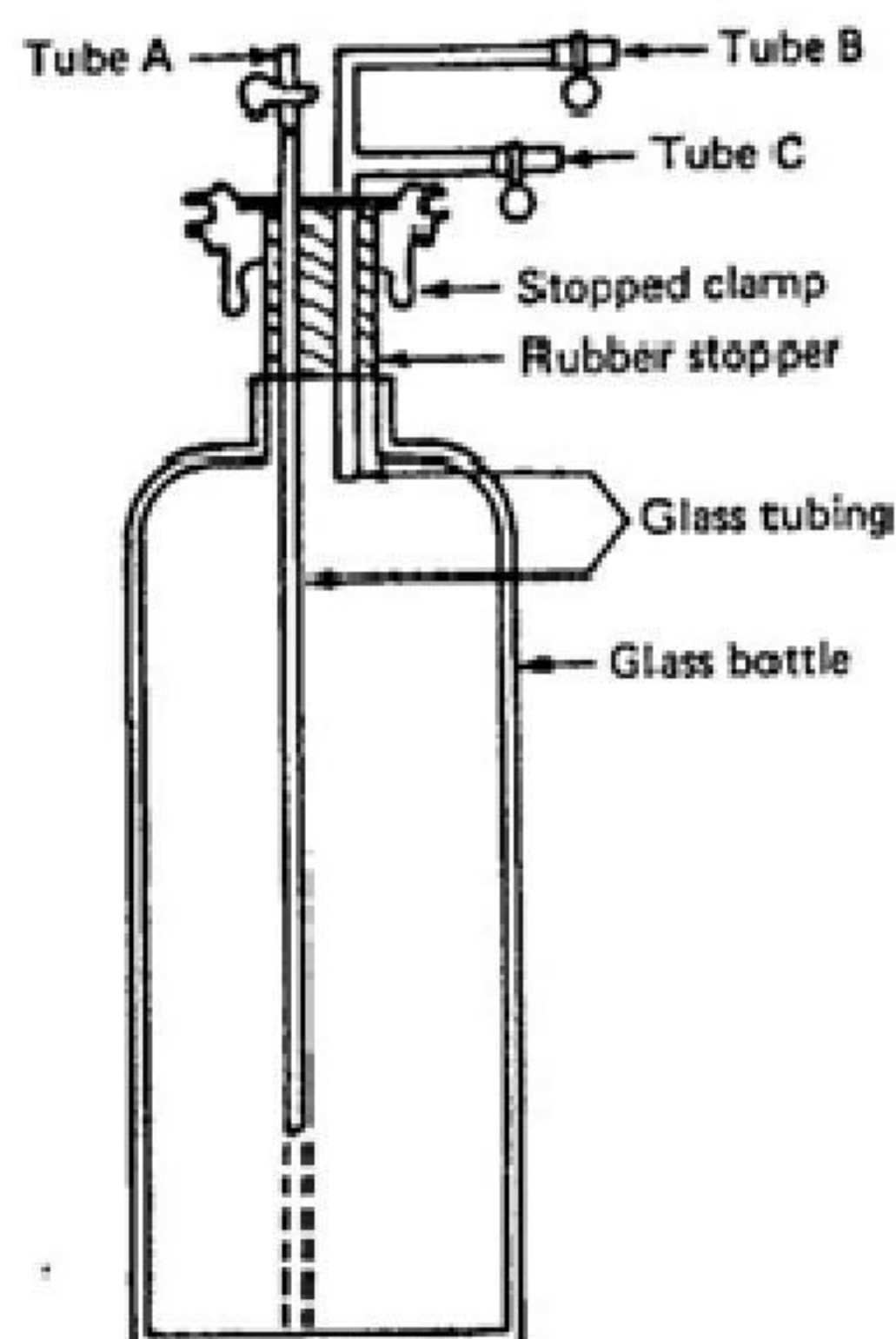



Fig. 2 - Solution or stock bottle $Cu(En)_2$, viscosity solvent

B.2.3 Shake the contents of the bottle several times during the course of an hour, and then let stand 12 h to 16 h. A clear supernatant liquor will usually be obtained, but if desired, the solution may be filtered through a fritted-glass Buchner funnel, using suction, and again stored under nitrogen.

B.3 *Standardization of* $Cu(En)_2$ *solution*.

NOTE 7 Visual observation during standardization of cupriethylenediamine (for cupric ion).

1. Perform the proper dilutions with the CED solution. Prepare and standardize 0.1 N thiosulfate solution.

2. Pipet 25 mL of the diluted CED into a 250 mL Erlenmeyer flask. Add 3 grams KI and swirl to dissolve. Add 50 mL 4 N sulfuric acid. The solution immediately takes on a dark brown color that quickly changes to a dark greenish-brown color. The color is the result of a precipitate formed in the reaction.

3. To perform the titration, it is necessary to constantly stir the mixture. This is achieved with best results via a magnetic stirrer.

4. The green color remains for about 70 % to 75 % of the titration. For example, if an end point of 25.0 mL is expected, the green color should remain until about 17 mL to 19 mL of the titrant is consumed. At this point, the mixture takes on a very creamy coffee color, and the effect of adding more of the titrant is like adding more cream to the coffee.

5. After addition of about 3 mL to 4 more mL, a mauve color will appear with each drop and quickly fade. The mixture remains a very light creamy color. At this point, the starch should be added. If the starch is not added, the mixture will become completely mauve, and it is extremely difficult to see the end point.

6. Addition of the starch results in a creamy purple color. The purple color should fade with the addition of more titrant. Only about 0.3 mL to 0.5 mL of titrant should be needed after the addition of the starch. This should be the point right before the end point

7. Add 10 mL of 20 % ammonium thiocyanate. The mixture becomes purple again. The titration should be carried out until the mixture fades to a mauve color and finally becomes white at the end point.

menjadi putih pada titik akhir. Namun, titik akhir mungkin muncul sebagai warna pink salmon dengan warna putih dari endapan yang terjadi selama beberapa menit.

B.3.1 Konsentrasi ion tembaga (Y).

B.3.1.1 Pipet 25 mL sampel CED dari botol di ruang dingin dan encerkan sampai 250 mL dalam labu volumetrik.

(**CATATAN** Simpan contoh untuk Langkah B.3.2)

B.3.1.2 Pipet 25 mL larutan tersebut lalu masukkan ke dalam labu 250 mL.

B.3.1.3 Tambahkan 3 gram KI (30 mL larutan KI 10 %).

B.3.1.4 Tambahkan 50 mL H_2SO_4 4 N untuk mengasamkan.

B.3.1.5 Titrasi dengan tiosulfat 0,1 N mendekati titik akhir pati (tambahkan indikator pati pada waktu yang tepat).

B.3.1.6 Tepat sebelum titik akhir pati, tambahkan 10 ml larutan amonium tiosianat 20 % untuk memperjelas titik akhir. (Catatan: buat larutan 20 %: Larutkan 10 g kristal tiosianat dalam 50 mL H_2O suling.)

B.3.1.7 Terus titrasi hingga titik akhir pati.

B.3.1.8 Hitung konsentrasi tembaga ion (Y): Y = 0,04 (volume tiosulfat 0,1N yang dikonsumsi dalam mL).

B.3.2 Konsentrasi etilendiamina (X).

B.3.2.1 Pipet 25 mL larutan CED yang disiapkan pada Langkah B.3.1.1 di atas lalu masukkan ke dalam gelas kimia 250 mL.

B.3.2.2 Tambahkan 75 mL air suling

B.3.2.3 Titrasi dengan H_2SO_4 baku 1,0 N sambil diaduk hingga pH 3.0 menggunakan pH meter.

B.3.2.4 Hitung konsentrasi etilendiamina (X): X = 0,2 (volume H_2SO_4 1,0 N yang dikonsumsi dalam mL) – Y (dari B.3.1.8).

B.3.3 Ratio etilendiamina/ion tembaga.

Hitung konsentrasi dan rasio etilendiamina dan ion kupri sebagai berikut:

$$X= [N_1a-2N_2b]/[(2\cdot V_1\cdot V_3)/V_2]$$

$$Y = [N_2b]/[(V_1\cdot V_3)/V_2]$$

$$R= X/Y$$

Keterangan

a = volume larutan asam sulfat yang dikonsumsi, mL
b = volume larutan natrium tiosulfat yang dikonsumsi, mL
V_1 = volume larutan contoh yang digunakan untuk pengenceran awal, mL

However, the end point may appear as a salmon pink color with the white color of the precipitate developing only upon standing for a few minutes.

B.3.1 *Cupric ion concentration (Y).*

B.3.1.1 Pipet out a 25 mL sample of CED from a jar in the cold room and dilute to 250 mL in a volumetric flask.

(**NOTE** Save sample for Step B.3.2.)

B.3.1.2 Pipet out a 25 mL aliquot to a 250 mL flask.

B.3.1.3 Add 3 grams of KI (30 mL of 10 % KI solution).

B.3.1.4 Add 50 mL of 4 N H_2SO_4 to acidify.

B.3.1.5 Titrate with thiosulfate 0.1 N near to the starch end point (add starch indicator at a proper time).

B.3.1.6 Just before the starch end point, add 10 mL of 20 % ammonium thiocyanate solution to intensify the end point. (Note: 20 % solution preparation: Dissolve 10 g of thiocyanate crystal to 50 mL of distilled H_2O.)

B.3.1.7 Continue to titrate to the starch end point.

B.3.1.8 Calculate cupric ion concentration (Y): Y= 0.04 (mL of 0.1 N thiosulfate in mL consumed).

B.3.2 Ethylenediamine concentration *(X).*

B.3.2.1 Pipet out 25 mL of CED solution prepared in Step A.1 above to a 250 mL beaker.

B.3.2.2 Add 75 mL of distilled water.

B.3.2.3 Titrate to pH 3.0 using a pH meter with standard 1.0 N H_2SO_4 while stirring.

B.3.2.4 Calculate ethylenediamine concentration (X): X= 0.2 (volume of 1.0 N H_2SO_4 in mL consumed) Y (from B.3.1.8).

B.3.3 Ratio ethylenediamine/cupric ion

Calculate the ethylenediamine and the cupric ion concentration and their ratio as follows:

$$X= [N_1a-2N_2b]/[(2\cdot V_1\cdot V_3)/V_2]$$

$$Y = [N_2b]/[(V_1\cdot V_3)/V_2]$$

$$R= X/Y$$

Where

a = volume of sulfuric acid solution consumed, mL
b = volume of sodium thiosulfate solution consumed, mL
V_1 = volume of sample solution used for initial dilution, Ml

V_2 = volume pengenceran sampel, mL
V_3 = volume larutan yang telah diencerkan yang kemudian digunakan untuk titrasi, mL
N_1 = normalitas larutan asam sulfat
N_2 = normalitas larutan natrium tiosulfat
X = mol etilenadiamina per 1.000 mL larutan
Y = mol ion tembaga per 1.000 mL larutan
R = rasio etilenadiamina/ion tembaga

B.3.4 Pengenceran. Rasio R harus 2,00 ± 0,04 dan konsentrasi ion kupri 1,00 M ± 0,02 M. Jika rasio melebihi 2,00:1, tambahkan $Cu(OH)_2$ dan ulangi pengadukan dan standarisasi larutan seperti yang dijelaskan di atas. Jika rasio turun di bawah 1,92:1, menggunakan $Cu(OH)_2$ segar kemudian tambahkan sejumlah volum tertentu etilenaediamina yang dibutuhkan.

B.3.5 Larutan tersebut stabil beberapa bulan jika disimpan dengan lingkungan nitrogen. Biasanya terjadi sedikit pengendapan oksida tembaga selama penyimpanan larutan pada jangka waktu tertentu. Pengaruh pengendapan terhadap tembaga biasanya dapat diabaikan dan larutan tidak perlu dibuang jika pemeriksaan kandungan tembaga masih dalam batas yang diperbolehkan.

V_2 = volume of sample dilution, mL
V_3 = volume of diluted solution used for titration, mL
N_1 = normality of sulfuric acid solutions
N_2 = normality of sodium thiosulfate solutions
X = mole ethylenediamine per 1000 mL of solutions
Y = mole cupric ion per 1000 mL of solution
R = ratio ethylenediamine/cupric ion

B.3.4 *Dilution.* The ratio R must be 2.00 ± 0.04 and the cupric ion concentration 1.00 M ± 0.02 M. If the ratio exceeds 2.00:1, add fresh $Cu(OH)_2$ and repeat the agitation and standardization of the solution as given above. If the ratio falls below 1.92:1, start with fresh $Cu(OH)_2$ and increase the volume of ethylenediamine accordingly.

B.3.5 The solution should be stable for several months if stored under nitrogen. There is usually evidence of a small deposit of cuprous oxide after the solutions have been stored for varying periods of time. Usually this has a negligible influence on the copper and the solutions need not be discarded if the copper analysis checks within the required limits. *Your comments and suggestions on this procedure are earnestly requested and should be sent to the TAPPI Standards Department.*

Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komtek/SubKomtek perumus SNI

Komite Teknis 85-01 Teknologi Kertas

[2] Susunan keanggotaan Komtek perumus SNI

Ketua	: Ir. Edy Sutopo, M.Si.
Sekretaris	: Miranti Rahayu, S.T.P
Anggota	: Ir. Emil Satria, M.Si.
	Arif Usman, S.TP, MT
	Dr. Gatot Ibnusantosa
	Dra. Nina Elyani, M.Si.
	Ir. Lies Indriati
	Ir. Syafrul
	Dra. Susi Sugesty
	Ir. RM. Sunarno
	Ir. Lily Sutjiati Tunggal
	Dian SR Kusumastuti
	Dra. Liana Bratasida, M.Si.

[3] Konseptor rancangan SNI

Balai Besar Pulp dan Kertas

[4] Sekretariat pengelola Komtek perumus SNI

Pusat Standardisasi Industri-Badan Penelitian dan Pengembangan Industri
Kementerian Perindustrian